

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-194807

(43)Date of publication of application : 19.07.2001

(51)Int.Cl.

G03F 7/42
B01D 3/00
G02F 1/13
H01L 21/027

(21)Application number : 2000-001000

(71)Applicant : MATSUSHITA ENVIRONMENT
AIRCONDITIONING ENG CO LTD

(22)Date of filing : 06.01.2000

(72)Inventor : IGARASHI NORIO
INOUE YASUSHI
SHIMIZU KOJI

(30)Priority

Priority number : 11022580 Priority date : 29.01.1999 Priority country : JP
11302743 25.10.1999

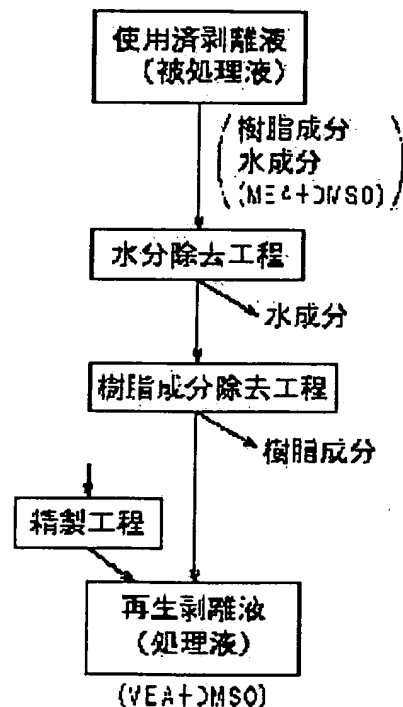
JP

(54) REPRODUCING METHOD AND DEVICE OF STRIPPING SOLUTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a reproducing method of stripping solution which allows the stripping solution of resist resin used in the manufacture of semiconductor substrate reusable.

SOLUTION: This reproducing method of stripping solution comprises plural treating processes which treat the used stripping solution containing a resin component and a water component which are generated in the stripping process of the resist resin laminated on the substrate. The plural processes comprises at least a moisture removing process which removes the water component from the used stripping solution and a resin component removing process which removes the resin component and provides stripping solution components.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.03.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3409005

[Date of registration] 14.03.2003

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-194807

(P2001-194807A)

(43)公開日 平成13年7月19日(2001.7.19)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト*(参考)
G 0 3 F 7/42	Z A B	G 0 3 F 7/42	Z A B 2 H 0 8 8
B 0 1 D 3/00		B 0 1 D 3/00	A 2 H 0 9 6
G 0 2 F 1/13	1 0 1	G 0 2 F 1/13	1 0 1 4 D 0 7 6
H 0 1 L 21/027		H 0 1 L 21/30	5 7 2 B 5 F 0 4 6

審査請求 有 請求項の数15 O L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願2000-1000(P2000-1000)

(22)出願日 平成12年1月6日(2000.1.6)

(31)優先権主張番号 特願平11-22580

(32)優先日 平成11年1月29日(1999.1.29)

(33)優先権主張国 日本(J P)

(31)優先権主張番号 特願平11-302743

(32)優先日 平成11年10月25日(1999.10.25)

(33)優先権主張国 日本(J P)

(71)出願人 591261336

松下環境空調エンジニアリング株式会社

大阪府吹田市垂水町3丁目28番33号

(72)発明者 五十嵐 軌雄

石川県能美郡川北町山田先出25 松下環境

空調エンジニアリング株式会社石川出張所

内

(72)発明者 井上 恭

石川県能美郡川北町山田先出25 松下環境

空調エンジニアリング株式会社石川出張所

内

(74)代理人 100064344

弁理士 岡田 英彦 (外3名)

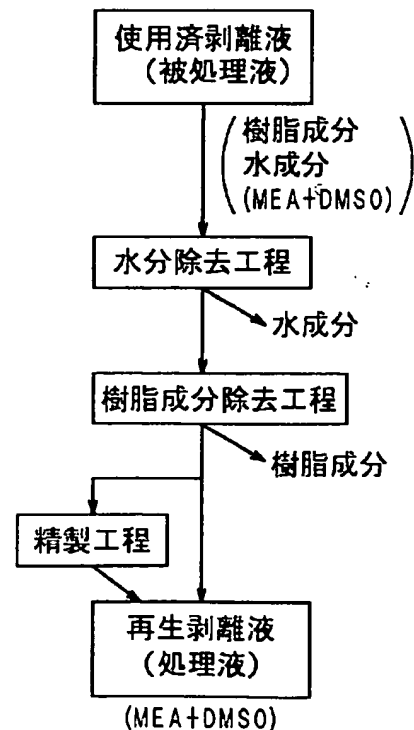
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 剥離液の再生方法及び装置

(57)【要約】

【課題】 半導体基板の製造において使用されたレジスト樹脂の剥離液を再使用可能にし得る、剥離液の再生方法を提供する。

【解決手段】 この剥離液の再生方法は、基板に重ねたレジスト樹脂の剥離工程で生ずる、樹脂成分及び水成分を含む使用済の剥離液を処理する複数の処理工程よりなる。前記複数の処理工程は、少くとも、使用済剥離液より水成分を除去する水分除去工程と、樹脂成分を除去して剥離液成分を得る樹脂成分除去工程とよりなる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板に重ねたレジスト樹脂の剥離工程で生ずる、樹脂成分を含む使用済の剥離液を再生する方法であって、樹脂成分を除去し剥離液成分を得る樹脂成分除去工程を含むことを特徴とした剥離液の再生方法。

【請求項2】 使用済剥離液は、レジスト樹脂に由来する樹脂成分と、モノエタノールアミン及びジメチルスルホキシドを含む剥離液成分とを含む組成よりなることを特徴とした請求項1に記載の剥離液の再生方法。

【請求項3】 使用済の剥離液には水成分を含み、水成分を除去する水成分除去工程を有することを特徴とした請求項1又は請求項2に記載の剥離液の再生方法。

【請求項4】 樹脂成分除去工程の次に精製工程を設けることを特徴とした請求項1又は請求項2又は請求項3に記載の剥離液の再生方法。

【請求項5】 樹脂成分除去工程の次に濾過工程を設けることを特徴とした請求項1又は請求項2又は請求項3又は請求項4に記載の剥離液の再生方法。

【請求項6】 貯槽及びまたは処理液槽から次工程への液の供給を、窒素ガスの圧送により行なうことを特徴とした請求項1又は請求項2又は請求項3又は請求項4又は請求項5に記載の剥離液の再生方法。

【請求項7】 基板に重ねたレジスト樹脂の剥離工程で生ずる、樹脂成分を含む使用済の剥離液を再生する装置であって、使用済剥離液より、樹脂成分を除去し剥離液成分を得る樹脂成分除去装置を含むことを特徴とした剥離液再生装置。

【請求項8】 水成分を除去する装置を有することを特徴とした請求項7に記載の剥離液再生装置。

【請求項9】 樹脂成分除去装置には樹脂成分の除去により得た剥離液成分を精製する精製装置が接続されていることを特徴とした請求項7又は請求項8に記載の剥離液再生装置。

【請求項10】 各装置の少なくとも剥離液成分との接触面は、剥離液成分に対して耐腐食性材質により形成されていることを特徴とした請求項7又は請求項8又は請求項9に記載の剥離液再生装置。

【請求項11】 使用済剥離液の水成分を除去する装置が蒸留塔であり、蒸留塔の剥離液成分との接触面が、Cを0.08%以下で含有し、Crを23.00~28.00%, Moを1.00~3.50%及びNを0.02~0.08%含む組成のステンレスにて形成されていることを特徴とした請求項8又は請求項9に記載の剥離液再生装置。

【請求項12】 樹脂成分除去装置には同装置により得た剥離液成分を濾過する濾過装置が接続されていることを特徴とした請求項7又は請求項8又は請求項9又は請求項10又は請求項11に記載の剥離液再生装置。

【請求項13】 精製装置が蒸留塔であり、蒸留塔の剥離液成分との接触面が、Cを0.08%以下で含有し、

Crを23.00~28.00%, Moを1.00~3.50%及びNを0.02~0.08%含む組成のステンレスにて形成されていることを特徴とした請求項9又は請求項10又は請求項11に記載の剥離液再生装置。

【請求項14】 精製装置には、同装置より得た精製された剥離液成分を濾過する濾過装置が接続されていることを特徴とした請求項9又は請求項10又は請求項11又は請求項12又は請求項13に記載の剥離液再生装置。

【請求項15】 貯槽及びまたは処理液槽には、槽内の液を次工程へ供給する窒素ガスの圧送手段が設けられていることを特徴とした請求項7又は請求項8又は請求項9又は請求項10又は請求項11又は請求項12又は請求項13又は請求項14に記載の剥離液再生装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は剥離液の再生方法及び剥離液再生装置に関し、詳しくは、たとえば液晶ディスプレイのモジュールを製造する際の、基板レジスト層の剥離工程にて生ずる使用済みの剥離液を再生する方法と装置に係わるものである。

【0002】

【従来の技術】従来、液晶ディスプレイのモジュールの製造における基板レジスト層の剥離には、加熱した剥離液が用いられている。この剥離液は、通常、モノエタノールアミン(以下、MEAと略記する。)とジメチルスルホキシド(以下、DMSOと略記する。)の混合液よりなり、少量の水を含んでいる。また、モジュールの製造では洗浄水も用いられる。このため、使用済みの剥離液はMEA及びDMSOを主体とし、レジスト樹脂、水を含んだ組成となっている。

【0003】一方、最近では基板が大型化になってきており、剥離液の処理量も増え、また、その廃液処理コストの増加と、地球環境に悪影響を及ぼす等の問題があり、使用済み剥離液の再生使用が望まれている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】この剥離液の再使用のための再生には、蒸留再生、精製による処理が考えられるが、はたして半導体グレードの高純度に再生できるか、腐食性の強い剥離液の蒸留とくに長時間の連続蒸留が可能か、装備する機器類の長時間の連続運転が可能か、などのリスクがあり、剥離液の再使用のための再生処理は、確立された方法及び専用の装置がなく、実施されていないのが現状である。このため、使用済剥離液の再生方法及び再生装置が望まれていた。

【0005】そこで、本発明は前記した従来の要望に応えるためのものであり、第1の課題は半導体基板の製造において使用されたレジスト樹脂の剥離液を再使用可能にし得る剥離液の再生方法を提供することにある。

【0006】また、本発明の第2の課題は半導体基板の製造において使用されたレジスト樹脂の剥離液を再生可能にし得る剥離液の再生装置を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記した第1の課題を解決するための、第1の発明は請求項1に記載のとおり構成を要旨とする。

【0008】第1の発明において、使用済の剥離液は剥離液成分の他に、剥離したレジスト樹脂を含んでいる。第1の発明の再生方法によれば、使用済の剥離液は樹脂成分が除去されて剥離液成分が回収される。回収された剥離液成分すなわち剥離液は再生剥離液としてレジスト樹脂の剥離工程で使用することができる。この発明は半導体基板、とくに液晶基板の剥離液の再生に好ましい方法である。

【0009】第2の発明は請求項2に記載のとおり構成を要旨とする。

【0010】第2の発明において、使用済剥離液の樹脂成分が除去され、次いで剥離液成分のMEAとDMSOが回収される。

【0011】第3の発明は請求項3に記載のとおり構成を要旨とする。

【0012】第3の発明において、水成分を含む場合の剥離液は水成分が除去されて、品質が高められる。

【0013】第4の発明は請求項4に記載のとおり構成を要旨とする。

【0014】第4の発明において、剥離液成分は精製されて、より品質が高められる。

【0015】第5の発明は請求項5に記載のとおり構成を要旨とする。

【0016】第5の発明において、回収した剥離液に含まれる粗大粒子は濾過により除去され、剥離液の品質が高められる。

【0017】第6の発明は請求項6に記載のとおり構成を要旨とする。

【0018】第6の発明において、液送ポンプなどの機械的液送手段を必要とせず、また、この故障や交換などの不都合がなく、長時間の液送に都合が良い。

【0019】上記した第2の課題を解決するための、第7の発明は請求項7に記載のとおり構成を要旨とする。

【0020】第7の発明において、使用済の剥離液は剥離液成分の他に、剥離したレジスト樹脂を含んでいる。第7発明の再生装置によれば、使用済の剥離液は樹脂成分が除去されて剥離液成分が回収される。回収された剥離液成分すなわち剥離液は再生剥離液としてレジスト樹脂の剥離工程で使用することができる。この装置は半導体基板、とくに液晶基板の剥離液の再生装置として好ましいものである。

【0021】第8の発明は請求項8に記載のとおり構成

を要旨とする。

【0022】第8の発明において、水成分を含む場合の剥離液の水成分が除去される。

【0023】第9の発明は請求項9に記載のとおり構成を要旨とする。

【0024】第9の発明において、剥離液成分は精製されて、より品質が高められる。

【0025】第10の発明は請求項10に記載のとおり構成を要旨とする。

【0026】第10の発明において、剥離液を再生するための各装置は、剥離液成分に対し腐食されないことより、再生装置の連続運転が可能である。

【0027】第11の発明は請求項11に記載のとおり構成を要旨とする。

【0028】第11の発明では、蒸留塔により使用済剥離液は水成分と剥離液を含む残余の成分に分けられる。蒸留塔は蒸留温度及び圧力の管理がし易い。蒸留塔における剥離液成分との接触面は剥離液成分に対し、腐食し難い材質のステンレスにて形成されていて連続蒸留に支障はない。

【0029】第12の発明は請求項12に記載のとおり構成を要旨とする。

【0030】第12の発明において、回収した剥離液に含まれる粗大粒子は濾過により除去され、剥離液の品質が高められる。

【0031】第13の発明は請求項13に記載のとおり構成を要旨とする。

【0032】第13の発明では、蒸留塔により剥離液が精製される。この蒸留塔における剥離液成分との接触面は剥離液成分に対し、腐食し難い材質のステンレスにて形成されていて連続蒸留に支障はない。

【0033】第14の発明は請求項14に記載のとおり構成を要旨とする。

【0034】第14の発明において、精製した剥離液成分は濾過により粗大粒子が除去され、剥離液の品質が高められる。

【0035】第15の発明は請求項15に記載のとおり構成を要旨とする。

【0036】第15の発明においては、液送ポンプなどの機械的な液送装置を必要とせず、また、この故障や交換などの不都合がなく、長時間の液送に都合が良い。

【0037】

【発明の実施の形態】本発明に使用される剥離液は半導体基板(液晶基板)の製造においてレジスト樹脂の剥離に使用された使用済みの液であり、残存する本来の成分としてのMEAとDMSOの他に、樹脂成分としてのレジスト樹脂を主体とする。使用する剥離液には少量の水成分を含む場合、また、洗浄水を含む場合もある。

【0038】使用済剥離液が水成分を含む場合は被処理液中のまず水成分を除去し、次いで、樹脂成分を除去し

て剥離液を回収することに特徴を有する。初めに、水分を除去するため、その後の成分分離がし易く、かつ、処理熱量が少なく済む利点がある。

【0039】本発明方法は、基本的には使用済剥離液を、樹脂成分除去工程で樹脂成分を除き、MEAとDMSOを主体とする再生剥離液を得る工程よりなる（これらの工程処理は請求項1に対応する）。

【0040】使用済剥離液が水分を含む場合は、図1に示すように、まず水分除去工程において水分を除去し、次いで樹脂成分除去工程で樹脂成分を除き、MEAとDMSOを主体とする再生剥離液を得る工程よりなる。

【0041】樹脂成分除去工程の処理後には、（水分及び）樹脂成分を除去した剥離液を精製する精製工程を設け、剥離液の精製処理を行い、剥離液の品質を高めることができる（この工程処理は請求項4に対応する。図1の精製工程参照）。

【0042】図2に示すように、樹脂成分除去工程の次に濾過工程を設けることができる。濾過工程の処理は、樹脂成分を除去した剥離液に対して行なう。（この工程処理は請求項5に対応する。）濾過処理により品質の高い剥離液とすることができる。

【0043】図3に示すように、精製工程にて精製処理した剥離液は、濾過工程にて濾過して、さらに品質の高い剥離液とすることができる。

【0044】本発明に係わる剥離液再生装置は、基本的には、MEAとDMSO、樹脂成分、を含む使用済剥離液より、樹脂成分を除去し剥離液成分を得る樹脂成分除去装置を含む処理装置とすることができる（この工程装置は請求項6に対応する）。

【0045】使用済剥離液が水分を含む場合は、MEAとDMSO、樹脂成分、水分を含む使用済剥離液より、水分を除去する装置と、樹脂成分を除去し剥離液成分を得る樹脂成分除去装置を含む処理装置とすることができる（この工程装置は請求項7に対応する）。

【0046】各装置の少くとも剥離液成分との接触面は、剥離液成分に対し耐腐食性材質とされる（この工程装置は請求項9に対応する）。

【0047】耐食性材質は、SUS329などの、Cを0.08%以下で含有し、Crを23.0~28.00%、Moを1.00~3.50%及びNを0.02~0.08%含む組成のステンレスが好ましい。

【0048】SUS329はオーステナイトとフェライトの二相ステンレス鋼であり、鋼組織中に、たとえばCを0.012%、Siを0.74%、Mnを0.70%、Niを6.30%、Crを25.00%、Moを3.30%、Nを0.10%を含んでいる。とくにMoを含むことより耐酸性、耐孔食性に優れ、また、Siを含むことより耐熱性、耐候性に優れていて再生装置の材質として好ましいものである。

【0049】水分を含む使用済の剥離液の再生の場合は、剥離液再生の各工程の装置において、水分の除去を第1の蒸留塔に行ない、樹脂成分と剥離液成分の分離を樹脂分除去機に行なうことができる。しかし、水分の除去は蒸留塔に限ることなく水分を除去し得る各種の工程装置を用いることができ、また、樹脂成分と剥離液成分の分離は樹脂分除去機に限ることなく、各種の樹脂分除去の装置を用いることができる。

【0050】

【実施例】次に、本発明の実施例を図面に基づいて説明する。まず、剥離液再生方法の実施に使用する剥離液再生装置（以下、再生装置と略記する。）について説明する。

【0051】図4に再生装置1の概略を示す。すなわち、使用済剥離液（以下、被処理液という。）Lを貯留する被処理液槽2は第1導管3を介して第1蒸留塔4（本発明の水分除去の装置に対応する。以下、単に蒸留塔4ともいう。）に接続され、被処理液槽2の被処理液Lを液送ポンプP1を介して第1蒸留塔4内に供給可能にされている。なお、3A、3Bは開閉バルブであり、常には閉じられていて、必要時に開かれる。被処理液Lは第1蒸留塔4内の下部、中位部、上部の蒸留棚に供給されるようになっている。

【0052】図5に示すように、第1蒸留塔4は縦型の多段式構造をなし、外周部には内部を加熱するための蒸気等による加熱手段5が設けられている。蒸留塔4の内部は多数の多孔板よりなる蒸留棚6が設けられ、供給された被処理液Lは下方の蒸留棚6より上方の蒸留棚6へ順次蒸留が繰返されるようにされている。蒸留塔4の適所には塔内の蒸留温度を知るための温度計TR1~TR5などが取付けられている。なお、図5に示す第1蒸留塔4は、外周部の加熱手段5により加熱するが、図4のポンプP5の循環及び保温手段（リボイラー）15による蒸気加熱だけでも、必要に応じ加温効果が得られる場合がある。

【0053】図4に示すように、第1蒸留塔4の上部には蒸留分離した水分L1の蒸気を導く第2導管7及び冷却器8、9が接続され、集合部10を介して水分貯槽11に接続されている。水分貯槽11は排水導管12を介して排出可能にされている。

【0054】なお、水分貯槽11は、開閉バルブ13Aを有する空気導入及び排気用の導管13と開閉バルブ13Eを設けた窒素ガス供給用導管が接続されている。第1蒸留塔4の底部は蒸留分離した一次処理液L2（樹脂成分と剥離成分）を貯留する塔内貯槽14とされている。前記開閉バルブ13A、13E及び他の開閉バルブ13B、13C、13Dの交互切替により、水分貯槽11からの前記一次処理液L2の除去操作が可能にされている。塔内貯槽14には保温手段（リボイラー）15が付設されていて、一次処理液L2が加温及び保温され

るようになっている。

【0055】前記塔内貯槽14は第3導管16により樹脂分除去機17（本発明の樹脂成分除去装置に対応する。）に接続されていて、槽内の一次処理液L2が液送ポンプP2により樹脂分除去機17内に供給可能とされている。16Aは第3導管16に介装した開閉バルブであり、一次処理液L2を樹脂分除去機17に送る際に開かれる。

【0056】図6、図7に示すように、樹脂分除去機17は密閉状の筒本体18が外周面の蒸気等の加熱手段19により加熱可能にされ、筒本体18の内周面が蒸発面21とされている。筒本体18の内部には円筒形の回転体20が装置され、筒本体18上部に設置したモータMにて回転体20が回転可能にされている。回転体20の周面は放射状にブラシ22が取付けられていて一次処理液L2を蒸発面21に膜状に分散する。

【0057】樹脂分除去機17の筒本体18の上部に供給される一次処理液L2は回転体20及びブラシ22に飛ばされて蒸発面21に接触し剥離液L3が蒸発し、未蒸発樹脂成分L4が下方へ流れる。

【0058】図4に示すように、樹脂分除去機17の下端部は第4導管25により樹脂分貯槽26の上部に接続され、樹脂分除去機17内の樹脂成分L4が樹脂分貯槽26に導入可能にされている。樹脂分貯槽26は底部に排出導管27が接続され、槽内の樹脂成分L4が槽外へ排出可能にされている。

【0059】なお、樹脂分貯槽26は、開閉バルブ28Aを設けた、空気導入及び排気用の導管28と開閉バルブ28Eを設けた窒素ガス供給用導管が接続されている。上記開閉バルブ及び他の開閉バルブ28B、28C、28Dを交互の切替により、前記、樹脂分貯槽26の樹脂成分L4を除去操作が可能とされている。

【0060】一方、図4に示すように、樹脂分除去機17の上部は第5導管30により第2蒸留塔31に接続され、機内に蒸発した剥離液（成分）L3が第2蒸留塔（精製塔）31に導入可能とされている。

【0061】なお、前記した樹脂分除去機17は、この樹脂分除去機17と同構造の日本車輛製造株式会社製造販売の「薄膜蒸発装置」を用いることができる。

【0062】図8に示すように、第2蒸留塔31は前記した第1蒸留塔4と同様に、縦型の多段式構造よりなる。第2蒸留塔31の内部は多孔板よりなる蒸留棚32が上下に多数枚配置され、外周部の加熱手段33により加熱されるようにされている。剥離液成分L3の蒸留は下方より上方の各蒸留棚32にて順次行なわれる。

【0063】なお、図8には、外周部の加熱手段33により加熱する場合を記載しているが、樹脂分除去機17でも充分加熱されており、その加熱だけでも必要に応じては、加温効果がある。

【0064】図4に示すように、第2蒸留塔31の上部

は第6導管35により冷却器36を介し、あるいはさらなる冷却器37を介し、集合部38及び開閉バルブ35A、35Bを経て第1処理液槽40及び第2処理液槽41に接続されている。なお、開閉バルブ35A、35Bはいずれか一方が開かれていて、第1処理液槽40又は第2処理液槽41のいずれかに剥離液成分が貯留され、貯留した処理液槽が一杯になったときには他方の処理液槽が使用される。

【0065】第1処理液槽40及び第2処理液槽41は第7導管42により、濃度調整槽43に接続されている。

【0066】前記、第1処理槽40には、開閉バルブ35Cを設けた空気導入及び排気用導管と開閉バルブ35Fを設けた窒素ガス導管が接続され、前記開閉バルブ及び他の開閉バルブ35A、35B、35Eの交互切替により、剥離液L3の濃度調整槽43への供給操作が可能にされている。同様に第2処理槽41は、それぞれ開閉バルブ35G、35J、35B、35Hおよび35Iが各導管を介して接続され、濃度調整槽43への供給操作を可能にしている。

【0067】図4に示すように、濃度調整槽43は第8導管45により濾過器46を介して薬液貯槽48に接続されている。濾過器46にはテフロン製の濾材が内装され通過する剥離液L3中の粗大粒子が除去されるようにされている。

【0068】この再生装置1において被処理液L、一次処理液L2、二次処理液（剥離液成分L3）と接触する装置部、各導管、及び各貯槽は、被処理液Lとくに、剥離液成分に対して耐腐食性の材質にて形成されている。たとえば、第1蒸留塔4、樹脂分除去機17、第2蒸留塔31、第1処理液槽40、第2処理液槽41、濃度調整槽43、濾過器46及び薬液貯槽48はステンレス規格のSUS329にて形成され、各接続導管はSUS329又はテフロンにて形成されている。

【0069】一方、この再生装置1には、吸引手段とN₂（窒素ガス）の供給手段が設けられていて、第1蒸留塔4、水成分貯槽11、樹脂分貯槽26、第1処理液槽40、第2処理液槽41において吸引可能に配管されていて、第1蒸留塔4、樹脂分除去機17、及び第2蒸留塔31が、真空に近い減圧状態で蒸留可能にされている。

【0070】続いて、前記した再生装置1の作用とともに、本発明の剥離液再生方法を説明する。この使用済の剥離液は水成分を含む成分組成よりなる。しかして、いま、再生装置1により、使用済剥離液（被処理液）Lを再生するに際しては、予め、吸引手段50の吸引ポンプVPが作動され、また、図示しない他の吸引手段が作動されて、第1蒸留塔4、樹脂分除去機17、第2蒸留塔31内が各々真空に近い減圧状態に保持される。また、第1蒸留塔4、樹脂分除去機17、及び第2蒸留塔31

の各加熱手段5, 19, 33が所定の設定温度に加熱される。

【0071】しかる後、開閉バルブ3A, 3Bが開かれ、被処理液槽2の被処理液Lが液送ポンプP1により第1導管3を介して第1蒸留塔4内に送られる。塔内に送られた被処理液Lは真空状態において各蒸留棚6で蒸留され、水成分L1の蒸気と一次処理液L2に分けられる。一次処理液L2は樹脂成分L4と剥離液成分L3を含む。蒸気は塔内上部の第2導管7により導かれ、冷却器8、または、さらなる冷却器9により液化され、水成分貯槽11に貯留される。

【0072】なお、水成分貯槽11への水成分L1の貯留は、開閉バルブ13B及び13Dを開として行ない、槽11内の満杯時には前記両開閉バルブ13B, 13Dを閉とし、開閉バルブ13Aを開にして常圧に戻す。その後、開閉バルブ13Aを閉とし、開閉バルブ13C及び13Eを開として、窒素加圧により、水成分貯槽11の水成分L1は排水導管12を介して適宜に排出除去される。排出完了後、前記、13C, 13Eを閉にし、再度13Aを開き、大気圧同等まで低下させ、再貯槽に備える。

【0073】一方、第1蒸留塔4の一次処理液L2は蒸留塔4の底部に流下し、塔内貯槽14に貯留される。塔内貯槽14の一次処理液L2は保温手段(リボイラー)15により加温及び保温される。

【0074】次に、樹脂分除去機17の回転体20のモータMが作動された後、塔内貯槽14の貯留された一次処理液L2が、液送ポンプP2により第3導管16を介して樹脂分除去機17の筒本体18内に送られる(図6, 図1参照)。

【0075】なお、塔内貯槽14の一次処理液L2を樹脂分除去機17に送るときは、開閉バルブ28D, 28B, 35Aを開き、また開閉バルブ16Aを開いて、ポンプP2を作動させる。樹脂分除去機17の作動時は、開閉バルブ35A, 35Eは開とし、樹脂成分L4を樹脂分貯槽26に貯槽する。

【0076】図6、図7に示すように、樹脂分除去機17の筒本体18の上部に入った一次処理液L2は、真空状態の筒本体18内に落下される。落下される一次処理液L2は回転体20のブラシ22により筒本体18の蒸発面21に飛ばされ、筒内の加熱雰囲気及び蒸発面21における加熱により、蒸発した剥離液成分L3と、未蒸発の樹脂成分L4に分けられる。樹脂成分L4は筒本体の下部に落下する。

【0077】下部の樹脂成分L4は第4導管25により樹脂分貯槽26に貯留される。貯留された樹脂成分L4は排出導管27を介して槽外の所定個所に適宜に排出される。

【0078】樹脂分貯槽26における樹脂成分L4の排出は、開閉バルブ28B, 28Dを閉じ、開閉バルブ2

8Aを開とし大気圧にもどす。その後、28Aを閉とし、次いで、開閉バルブ28C, 28Eを開とし、開閉バルブ28E側よりN₂ガスを送ることにより行なうことができる。排出を終了時は開閉バルブ28E, 28Cを閉じ、28Aを開き、大気圧にもどす。次いで、開閉バルブ28B, 28Dを開き、貯槽に備える。

【0079】樹脂分除去機17の筒本体18内の蒸発した剥離液成分L3は、第5導管30を介して第2蒸留塔31に導入される。

【0080】第2蒸留塔31内の各蒸留棚32において、剥離液成分L3は真空状の約100℃の雰囲気において蒸留が繰返され精製される。精製された剥離液成分L3の蒸気は第6導管35を介し、冷却器36、あるいはさらなる冷却器37に送られて、液化され三次処理液すなわち剥離液L3とされる。この剥離液L3は第1処理液槽40又は第2処理液槽41に貯留される。

【0081】しかる後、第1処理液槽40又は第2処理液槽41の剥離液L3は、第7導管42により濃度調整槽43に送られる。

【0082】第1処理液槽40が満杯になったときは、開閉バルブ35A, 35Eを閉じ、開閉バルブ35Cを開き、大気圧にもどす。その後35Cを閉とする。次に35F, 35Dを開き、第1処理液槽40の剥離液成分L3を濃度調整槽43へ送る。送り終了後は開閉バルブ35F, 35Dを閉じ、35Cを開き大気圧にもどす。その後、35Cを閉とし、次いで開閉バルブ35A, 35Eを開とし貯留可能とする。第1処理液槽40, 第2処理液槽41は開閉バルブ35A, 35Bが交互に切替えられる。

【0083】第2処理液槽41が満杯になったときは、開閉バルブ35B, 35Iを閉じ、開閉バルブ35Gを開き、大気圧にもどす。その後35Gを閉じ、次に、開閉バルブ35H, 35Jを開とし、35J側よりN₂ガスを送り、第2処理液槽41の剥離液成分L3を濃度調整槽43へ送る。終了後は開閉バルブ35H, 35Jを閉じ、35Gを開き、大気圧にもどす。次いで開閉バルブ35I, 35Bを開けば貯留可能となる。

【0084】濃度調整槽43において剥離液L3の濃度が調べられ、必要により水又は用意した剥離液を加えて所定濃度に微調整される。

【0085】次いで、濃度調整槽43の濃度調整した剥離液L3は、第8導管45により濾過器46を通過させ、薬液供給槽48に送られ、次の使用のために貯留される。濾過器46においては剥離液L3中の粗大粒子分が除去され、一定粒子品質の剥離液L3が薬液供給槽48に貯えられる。

【0086】前記被処理液Lは、半導体基板の製造工程において、使用したレジスト樹脂の剥離液であり、水分、剥離液成分、及び樹脂成分を含んでいる。剥離液成分はMEAとDMSOの混合体である。

11

【0087】濃度調整槽43における未調整の剥離液成分L3はMEAとDMSOどちらか一方が若干少なく混合されていた。このため新しいMEA又はDMSOを加えてMEAとDMSOの比率調整した。この調整した剥離液は、その後そのまま半導体基板の製造工程で再使用可能である。

【0088】

【発明の効果】請求項1に記載の第1の発明によれば、使用済剥離液より剥離液成分を回収して再使用可能な剥離液を得ることができる。

【0089】請求項2に記載の第2の発明によれば、剥離液成分であるMEAとDMSOが回収される。

【0090】請求項3に記載の第3の発明によれば、水成分を含む使用済の剥離液より水成分を除去し、再使用可能な剥離液を得ることができる。

【0091】請求項4に記載の第4の発明によれば、精製された剥離液を得ることができる。

【0092】請求項5に記載の第5の発明によれば、粗大粒子を除去した剥離液を得ることができる。

【0093】請求項6に記載の第6の発明によれば、機械的液送手段を用いた場合の故障や交換などの不都合がなく長時間の液送に都合がよい。

【0094】請求項7に記載の第7の発明によれば、使用済剥離液より剥離液成分を回収して再使用可能な剥離液を得ることができる。

【0095】請求項8に記載の第8の発明によれば、水成分を含む使用済剥離液より水成分を除去し再使用可能な剥離液を得ることができる。

【0096】請求項9に記載の第9の発明によれば、精製された剥離液を得ることができる。

【0097】請求項10に記載の第10の発明によれば、各装置が剥離液成分に対し耐腐食性とされていることより、連続運転して使用済剥離液を再生することができる。

【0098】請求項11に記載の第11の発明によれば、剥離液成分との接触面が耐腐食性のステンレスとされた蒸留塔を用いるため、蒸留温度及び圧力の管理がし易く、また、連続蒸留処理が行い得る。

【0099】請求項12に記載の第12発明によれば、粗大粒子を除去した剥離液を得ることができる。

12

【0100】請求項113に記載の第13発明によれば、精製は耐腐食性のステンレスの蒸留塔にて連続して行なうことができる。

【0101】請求項14に記載の第14発明によれば精製粗大粒子の除去された高品質の剥離液を得ることができる。

【0102】請求項15に記載の第15の発明によれば、機械的な液送装置を用いた場合の故障や交換などの不都合がなく長時間の液送に都合がよい。

10 【0103】以上の発明により、使用済剥離液を再生する効率を高めることができ、使用済剥離液量、その処理コストが低減でき、地球環境に及ぼす悪影響を軽減することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明方法の実施形態における各処理工程を示す工程図である。

【図2】本発明方法変更例の処理工程図である。

【図3】本発明方法のさらなる変更例の処理工程図である。

20 【図4】本発明の実施形態における剥離液再生装置の略体図である。

【図5】第1蒸留塔の拡大した断面図である。

【図6】一部破断した樹脂分除去機の構造図である。

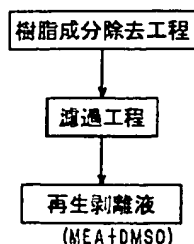
【図7】図6のIV-IV線における断面図である。

【図8】第2蒸留塔の拡大断面図である。

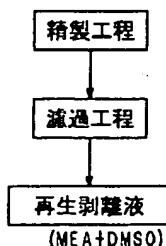
【符号の説明】

- 1 再生装置
- 2 被処理液槽
- 4 第1蒸留塔
- 8, 9, 36, 37 冷却器
- 11 水成分貯槽
- 14 塔内貯槽
- 17 樹脂分除去機
- 26 樹脂分貯槽
- 31 第2蒸留塔
- 40 第1処理液槽
- 41 第2処理液槽
- 43 濃度調整槽
- 46 濾過器
- 48 薬液供給槽

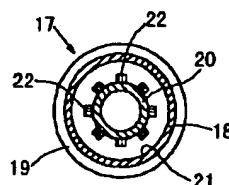
【図2】



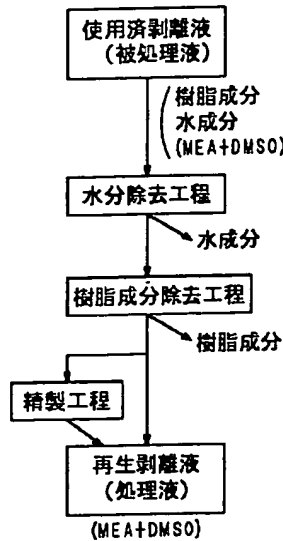
【図3】



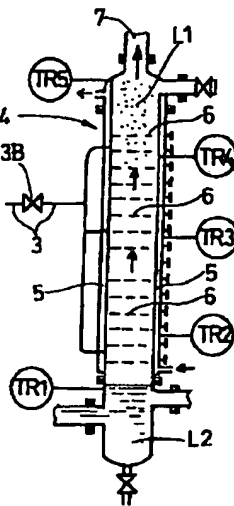
【図7】



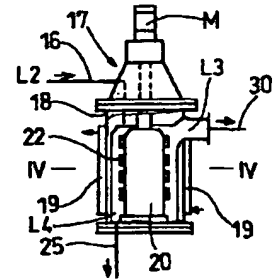
【 図1 】



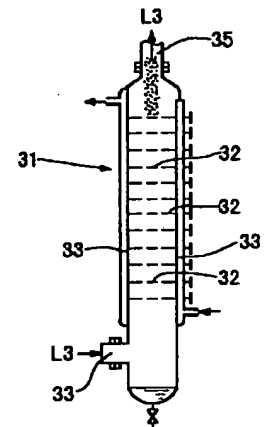
【 図5 】



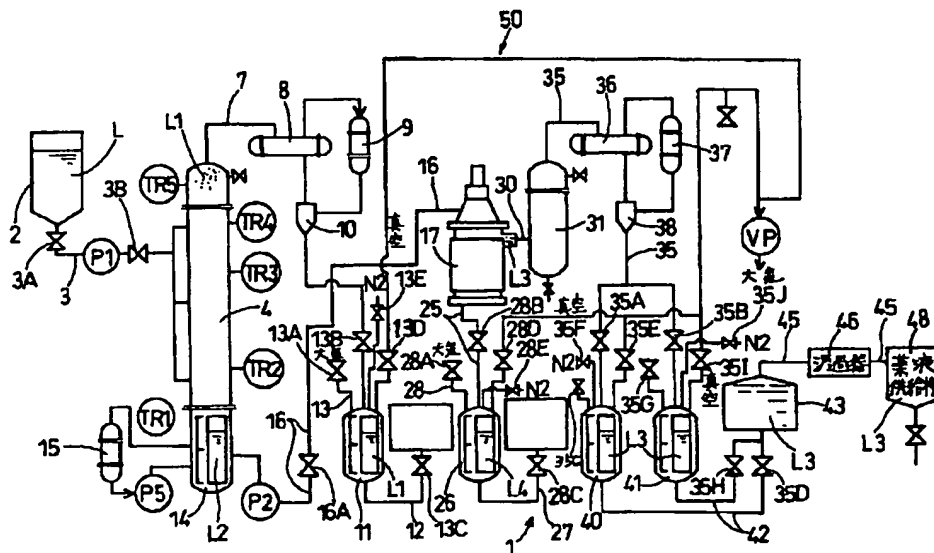
【 図6 】



【 図8 】



【 図4 】



フロントページの続き

(72)発明者 清水 巧治
大阪府吹田市垂水町3-28-33 松下環境
空調エンジニアリング株式会社大阪管理本
部事業推進室内

F ターム (参考) 2H088 FA30 MA16 MA20
2H096 AA25 AA27 LA03 LA25
4D076 AA16 AA22 AA24 BB05 BB16
CA19 CD22 DA10 DA25 EA12X
FA01 FA18 FA33 HA03 HA12
JA03
SF046 MA02

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.